

RESEARCH OF CHLORIDE TEST IN SULPHATE ACID COMMODITY

Rumintang Ruslinda Panjaitan

Abstract

Sulphate acid is a material which is used by many Industries, especially by "Downstream" Industries. As a precursor, Sulphate acid is also used in making of Narcotic. Refer to SNI No. SNI 06-0030-1996, the quality of Sulphate acid have to fulfill some parameters. One of that parameter is the Chloride parameter. From some examples of Sulphate acid which have been examine in The Laboratory of Institute for Research and Standardization Industry Surabaya, shows that the Chloride can not be detected. From the research that have had been made, shows that the way of testing for Chloride in SNI need to be corrected.

Keywords: Sulphate acid, Chloride

1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Asam sulfat dengan rumus molekul H_2SO_4 dan massa molar 98,078 g/mol adalah bahan yang sangat banyak dibutuhkan oleh berbagai industri. Asam sulfat merupakan cairan yang agak kental, tidak berbau, berat jenis sebesar $1,839 \text{ g cm}^{-3}$, tidak berwarna dan bersifat korosif. Titik leleh 10°C , titik didih 290°C , (asam murni. 98% larutan mendidih pada 338°C), viskositas 26,7 cp pada 20°C .

Dapat bercampur dengan air dalam segala perbandingan dengan mengeluarkan panas (eksotermik). Semua perusahaan produsen asam sulfat memproduksi asam sulfat teknis, yang umumnya dipakai sebagai bahan baku industri hilir. Kadar asam sulfat yang dipasarkan bervariasi dari 93% - 98%.

Data-data tersebut di atas berlaku pada keadaan standar (25°C , 100 kPa). Asam sulfat seperti halnya asam nitrat adalah oksidator kuat. Artinya bisa menghancurkan jaringan kulit. Asam kuat ini sering dipakai jika ingin menganalisa mineral dari bahan organik. Bahan organik (kulit termasuk di dalamnya) akan terurai menjadi penyusun-penyusunnya seperti C, H, O, N, P dan mineral lain. Reaksi hidrasi asam sulfat adalah reaksi eksoterm yang kuat. Jika air ditambah kepada asam sulfat pekat, langsung mendidih. Selalu tambah asam kepada air dan bukan sebaliknya. Sebagian dari masalah ini disebabkan perbedaan berat jenis kedua cairan. Berat jenis air lebih kecil dibanding asam sulfat dan cenderung untuk terapung di atas asam.

Pada mulanya pendirian pabrik asam sulfat adalah untuk membuat Aluminium sulfat yang digunakan untuk penjernihan air, yang pada waktu dulu Aluminium sulfat masih diimpor. Tapi pada saat ini Aluminium sulfat telah mulai diekspor.

Perkembangan selanjutnya Asam sulfat sudah dipakai sebagai bahan baku bermacam-macam industri hilir antara lain: Industri pupuk Ammonium sulfat, pupuk Super fosfat, Industri rayon, Accu, Industri Asam fosfat, Tembaga(II)sulfat, Besi(II) sulfat, Asam-asam sulfamat dan Alkyl benzene sulfonat (ABS). Lokasi pabrik-pabrik asam sulfat tersebar di daerah-daerah, Sumatra Utara, Sumatera Selatan, Lampung, Jawa Barat dan Jawa Timur. Menurut ketentuan dari *United Nation International Drug Control Program*, komoditi kimia dasar anorganik yang dapat digolongkan dalam *precursor* adalah asam sulfat (*sulphate acid*) dan juga asam klorida. Seperti telah diketahui *precursor* adalah bahan perantara untuk memproduksi bahan narkotika (Akida, 2002).

Pemakaian Asam sulfat untuk industri-industri antara lain: industri pupuk menggunakan Asam sulfat yang paling besar di Indonesia yaitu untuk pembuatan pupuk ammonium sulfat dan untuk pembuatan pupuk *triple super phosphate* setelah dibuat asam phosphate.

Industri tekstil menggunakan asam sulfat pada pabrik tekstil yang menggunakan proses *Burned Out* (B.O) yaitu bias menghasilkan jenis kain tanpa *cotton* dan biasanya untuk keperluan ekspor.

Tabel 1 Kapasitas Produksi Pabrik-Pabrik Asam Sulfat

Nama Perusahaan	Lokasi	Ton/Tahun
AKIDA		
PT. Indonesia Acid Ind.	Pulo Gadung	82.500
PT. Petrokimia Gresik	Gresik	678.000
PT. Mahkota Indonesia	Pulo Gadung	72.000
PT. Timurraya Tunggal	Tangerang	57.060
PT. Aktif Indon. Indah	Surabaya	15.000
PT. Indo-Bharat Rayon	Purwakarta	54.750
PT. South Pacific Viscose	Purwakarta	18.000
PT. Liku Telaga	Gresik	42.000
Jumlah		1.019.310
NON AKIDA		
PT. Utaki	Medan	8.000
PT. Dunia Kimia Utama	Palembang	20.000
PT. Sungai Budi	Lampung	66.000
PT. Madu Lingga	Gresik	6.000
PT. Budi Acid Jaya	Lampung	30.000
PT. Acid Ariaguna Nusantara	Palembang	9.500
PT. Sempurna Jaya Chemical	Palembang	7.500
PT. Copper smelting Co	Gresik	600.000
Jumlah		747.000
Jumlah seluruhnya		1.766.310

Sumber: Asosiasi Kimia Dasar Anorganik Indonesia (AKIDA, 2002)

Dalam pembuatan serat rayon yaitu dalam proses viskosa, selulosa kayu murni dalam bentuk pulp dicampur dengan NaOH dan kemudian dengan CS₂ membentuk Na xanto genat, yang berbentuk cairan kental yang disebut viskosa. Untuk mendapatkan serat rayon, dengan mengalirkan viskosa ini dalam larutan asam sulfat encer (120 g H₂SO₄/liter) maka akan didapat serat rayon.

Asam sulfat dipakai juga dalam *waste water treatment* untuk mengontrol PH. Pada industri *accu* adalah untuk pengisi *accu* sebagai elektrolit, kadar asam sulfat yang digunakan kira-kira 40%. Pada industri kulit digunakan untuk proses "*chrome tanning*" dari kulit setelah mengalami pembersihan pada proses sebelumnya. Pada industri logam yaitu industri pipa, kawat, seng digunakan larutan asam sulfat sekitar 20 - 25%. Pada industri bumbu masak penggunaan asam sulfat untuk proses degradasi molase (tetes) sehingga menghasilkan humin, selanjutnya diproses sehingga diperoleh asam glutamate dan dengan NaOH menghasilkan mono sodium glutamate (MSG). Pada industri *bleaching earth* asam sulfat berfungsi mengaktifkan bentonit dan melarutkan logam-logam berat.

Karena begitu pentingnya komoditi asam sulfat ini, maka telah dibuat Standar Nasional Indonesia untuk komoditi asam sulfat yaitu SNI 06-0030-1996. Syarat mutu untuk Asam sulfat adalah sebagai berikut: Warna adalah tidak

berwarna sampai sedikit kuning, kadar Asam sulfat minimum 98%, kadar sisa pemijaran maksimum 0,03%, kadar klorida (Cl) maksimum 10 ppm, kadar nitrat (NO₃) maksimum 5 ppm, kadar besi (Fe) maks 50 ppm dan kadar timbal (Pb) maks 50 ppm.

Dari beberapa contoh asam sulfat yang diuji di laboratorium bahan dan produk industri Baristand Industri Surabaya, bahwa untuk parameter klorida dalam asam sulfat selalu hasilnya tidak terdeteksi dengan cara uji yang dipersyaratkan dalam SNI. Hal ini diduga kemungkinan dalam cara uji yang tidak sesuai. Sehingga pada penelitian ini dilakukan percobaan-percobaan untuk mengetahui proses yang terjadi pada cara uji dalam Standar Nasional tersebut.

Dalam setiap komoditi, keberadaan klorida dipersyaratkan supaya tidak mempengaruhi di dalam penggunaannya. Pada komoditi Asam sulfat, maksimum klorida yang dipersyaratkan adalah 10 ppm.

Klorida adalah ion yang terbentuk sewaktu unsur klor mendapatkan satu elektron untuk membentuk suatu anion (ion bermuatan negatif) Cl⁻. Garam dari asam hidroklorida HCl mengandung ion klorida; contohnya adalah garam meja, yang disebut Natrium klorida dengan rumus kimia NaCl. Dalam air, senyawa ini terpecah menjadi ion Na⁺ dan Cl⁻.

Klorida dalam senyawa kimia, satu atau lebih atom klorinya memiliki ikatan kovalen dalam molekul. Ini berarti klorida dapat berupa senyawa anorganik maupun organik. Contoh paling sederhana dari suatu klorida anorganik adalah hydrogen klorida(HCl), sedangkan contoh sederhana senyawa organik (suatu organoklorida) adalah klorometana(CH₃Cl), atau sering disebut metil klorida.

Hampir semua air alami mengandung ion klorida. Konsentrasinya bervariasi, tergantung kandungan mineral bumi di berbagai daerah.

Dalam jumlah kecil tidak berpengaruh. Dalam konsentrasi tinggi, menyebabkan masalah. Biasanya konsentrasi klorida rendah. Kadar rendah atau menengah dari senyawa ion tersebut menambah rasa segar pada air. Pada kenyataannya, dibutuhkan karena alasan tersebut. Jumlah konsentrasi yang berlebihan dari klorida akan membuat air jadi tidak enak diminum.

Aturan EPA tentang air minum merekomendasikan konsentrasi ion klorida maksimum sebesar 250mg/lit. Dengan konsentrasi yang lebih besar, air tersebut bisa menjadi masalah, khususnya untuk orang-orang yang tidak terbiasa dengan air seperti itu. Klorida menjadikan air terasa asin. Dalam kadar konsentrasi apapun, ini menjadi terasa dan tergantung dari individu masing-masing. Dalam konsentrasi tinggi, klorida menyebabkan air menjadi payau, rasa asin yang sama sekali tidak diinginkan. Walaupun klorida sangat larut, klorida memiliki stabilitas. Stabilitas ini memungkinkan mereka bertahan dari perubahan dan tetap konstan dalam air apapun, kecuali air yang dicemari oleh industri.

Klorida menyumbang total kandungan mineral pada air. Seperti yang diindikasikan di atas, total konsentrasi dari mineral mungkin memiliki efek yang bervariasi. Konsentrasi yang tinggi dari ion klorida mengakibatkan pertambahan kemampuan konduktivitas listrik air. Klorida dapat dihilangkan dari air dengan Reverse osmosis. Deionisasi (demineralisasi) atau distilasi juga akan menghilangkan klorida dari dalam air.

Gas hidrogen klorida dan asam klorida adalah senyawa yang penting dalam bidang teknologi dan industri. Aspek yang mempengaruhi usia struktur beton bertulang adalah penetrasi klorida yang dapat mempercepat terjadinya korosi. Korosi yang terjadi pada tulangan dapat menyebabkan kegagalan struktur (Jeffry, 2005).

1.2 Tujuan

Tujuan Penelitian ini adalah untuk meneliti metode uji klor dalam bahan asam sulfat sesuai Standar Nasional Indonesia.

1.3 Sasaran Penelitian

Sasaran dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan metode uji klorida dalam komoditi asam sulfat yang sesuai untuk penggunaannya.

1.4 Ruang Lingkup Penelitian

Ruang lingkup penelitian ini meliputi: (1) persiapan bahan baku untuk percobaan dan (2) percobaan uji klorida dalam asam sulfat.

Hasil yang diperoleh diharapkan dapat mendorong pengembangan industri asam sulfat dengan metode yang sesuai dalam rangka peningkatan mutu.

2. BAHAN DAN METODE PENELITIAN

2.1 Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan adalah air suling, Asam sulfat, larutan standar Perak nitrat 0,01 N, Larutan indikator Kalium kromat.

Alat-alat untuk percobaan adalah: Mikroburet 10 ml, pipet volume 25 ml, erlenmeyer 200 ml, gelas piala 500 ml, pengaduk, labu ukur, pipet tetes.

2.2 Metode Penelitian

2.2.1 Studi Pustaka

Dari studi pustaka dapat diketahui sifat-sifat kimia dan fisik serta kegunaan dari Asam sulfat serta aspek-aspek yang dipengaruhi oleh keberadaan senyawa klorida dalam penggunaannya seperti yang ditulis dalam pendahuluan. Studi laboratorium.

Bahan yang digunakan untuk percobaan yaitu: Asam sulfat, air suling, analisa uji dari bahan Asam sulfat untuk percobaan dilakukan dengan maksud untuk mengetahui kadar klorida yang terkandung dalam bahan tersebut. Percobaan dilakukan dengan analisa uji sesuai SNI 06-0030-1996 yang mengacu pada SNI 06-2431-1991.

Menurut SNI 06-6989.19-2004 yaitu metode argentometri cara mohl pada kisaran kadar 1,5 ppm sampai dengan 100 ppm. Metode ini digunakan untuk penentuan kadar klorida (Cl⁻) dalam air. Prinsip: Ion klorida-klorida dalam contoh uji dapat dititrasi dengan larutan perak nitrat dalam suasana netral atau sedikit basa (pH 7 sampai dengan pH 10), menggunakan larutan

indikator kalium kromat. Perak klorida diendapkan secara kuantitatif sebelum terjadinya titik akhir titrasi, yang ditandai dengan mulai terbentuknya endapan perak kromat yang berwarna merah kecoklatan.

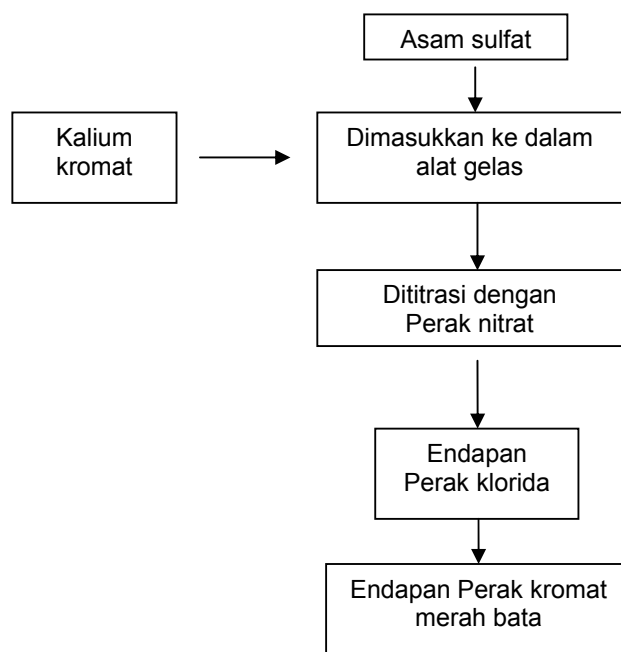
2.2.2 Prosedur Penelitian

1. Larutan contoh dipipet sebanyak 25 ml ke dalam gelas erlemeyer.
2. Indikator Kalium kromat ditambah 2 - 3 tetes.
3. Kemudian dititrasi dengan larutan standar Perak nitrat 0,01N sampai terbentuk endapan Perak kromat (merah bata).

4. Blanko sama dengan air suling, pengerjaannya sama dengan contoh.

Perhitungan:

- $\text{Vol} \times \text{Normalitas standar} \times \text{Berat molekul klorida} \times 1000/\text{vol contoh} = \text{mg/l}$
 - $\text{Blangko} - \text{Vol titrasi} = A$
 - $A \times 0,0104 \times 35,5 \times 1000/\text{vol contoh} = \text{mg/l}$
- Volume contoh tergantung pekatnya contoh (1, 5, 10 atau 15 ml)



Gambar 1 Diagram Alir Percobaan Uji Klorida

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada Tabel 1 berikut adalah hasil rata-rata percobaan dari 2 x ulangan untuk penentuan klorida. Cara uji klorida yang dilakukan adalah sesuai SNI 06-0030-1996 butir 5.3 yang mengacu kepada SNI 06-2431-1991. Bahan percobaan adalah H_2SO_4 p a.

Dari 5 variabel yang dilakukan yaitu standar klorida yang ditambahkan ke dalam asam sulfat p a dengan indikator kalium kromat, tapi hasil titrasi langsung merah biarpun ditambah standar klorida.

Pada Tabel 2 berikut adalah hasil rata-rata percobaan dari 2 x ulangan untuk penentuan klorida, sama dengan Tabel 1, tapi bahan yang digunakan adalah contoh uji asam sulfat. Dari 5

variabel yang dilakukan yaitu standar klorida yang ditambahkan ke dalam contoh uji asam sulfat dengan indikator kalium kromat, hasil titrasi juga langsung merah.

Pada Tabel 3 berikut adalah hasil rata-rata percobaan tanpa asam sulfat, yang digunakan adalah air suling dengan penambahan larutan standar klorida yang ditambah dengan indikator kalium kromat, hasil titrasi adalah seperti tertera dalam Tabel 3.

Tabel 1 Hasil Rata-Rata Percobaan Penetapan Klorida

25 ml H ₂ SO ₄ p a			
	A (ppm)	B (ml)	C (ml)
Simplo	0	1,25	Merah
Duplo	0	1,25	Merah
Simplo	5	1,25	Merah
Duplo	5	1,25	Merah
Simplo	10	2,5	Merah
Duplo	10	2,5	Merah
Simplo	15	3,75	Merah
Duplo	15	3,75	Merah
Simplo	20	5,0	Merah
Duplo	20	5,0	Merah

Tabel 2 Percobaan Penetapan Klorida dalam Contoh Uji Asam Sulfat

Contoh uji 25 ml H ₂ SO ₄			
	A (ppm)	B (ml)	C (ml)
Simplo	0	1,25	Merah
Duplo	0	1,25	Merah
Simplo	5	1,25	Merah
Duplo	5	1,25	Merah
Simplo	10	2,5	Merah
Duplo	10	2,5	Merah
Simplo	15	3,75	Merah
Duplo	15	3,75	Merah
Simplo	20	5,0	Merah
Duplo	20	5,0	Merah

Keterangan:

A = larutan standar klorida.

B = volume larutan standar

C = hasil pengamatan titrasi dengan AgNO₃ yang warnanya langsung merah

Tabel 3 Percobaan Penentuan Klorida dalam Air Suling

25 ml Air Suling			
	A (ppm)	B (ml)	C (ml)
Simplo	0	0	0,26
Duplo	0	0	0,27
Simplo	10	2,5	0,80
Duplo	10	2,5	0,81
Simplo	20	5	1,58
Duplo	20	5	1,59

Keterangan:

A = larutan standar klorida

B = volume larutan standar

C = hasil pengamatan titrasi dengan larutan AgNO_3

Tabel 4 Percobaan Penentuan Klorida dalam Contoh Uji Asam Sulfat yang Diencerkan Dengan Air, dan Dinetralkan dengan NaHCO_3

Kode Contoh uji	Perlakuan	C(ml)	Hasil uji (ppm)
P 199	Simplo	0,08	76,61
	Duplo	0,08	76,62
P 241	Simplo	0,09	113,49
	Duplo	0,09	113,51
P 1596	Simplo	0,08	50,74
	Duplo	0,08	47,03

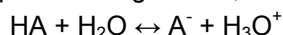
Dari percobaan-percobaan di atas, dapat dilihat bahwa apabila asam sulfat pekat langsung dititrasi dengan perak nitrat, hasil titrasi tidak dapat terdeteksi. Tapi dengan pengenceran asam sulfat tersebut, lalu dinetralkan dengan natrium hidrokarbonat, hasil titrasi dapat dideteksi.

Menurut definisi Arrhenius, asam adalah suatu zat yang meningkatkan konsentrasi ion hidronium (H_3O^+) ketika dilarutkan dalam air. Definisi yang pertama kali dikemukakan oleh Svante Arrhenius ini membatasi asam dan basa untuk zat-zat yang dapat larut dalam air. Suatu asam bereaksi dengan suatu basa dalam reaksi penetralan untuk membentuk garam. (Wikipedia, 2008)

Asam (yang sering diwakili dengan rumus umum HA) secara umum merupakan senyawa kimia yang bila dilarutkan dalam air akan menghasilkan larutan dengan pH lebih kecil dari 7. Bila dinetralkan pHnya akan mendekati 7. Dalam definisi modern, asam adalah suatu zat yang dapat memberi proton (ion H^+) kepada zat lain (yang disebut basa), atau dapat menerima pasangan elektron bebas dari suatu basa.

Dalam definisi Brønsted-Lowry, keasaman suatu senyawa ditentukan oleh kestabilan ion hidronium dan basa konjugat terlarutnya ketika senyawa tersebut telah memberi proton ke dalam larutan tempat asam itu berada. Stabilitas basa konjugat yang lebih tinggi menunjukkan keasaman senyawa bersangkutan lebih tinggi.

Dalam air, reaksi kesetimbangan berikut terjadi antara suatu asam (HA) dan air, yang berperan sebagai basa,



Dalam asam sulfat yang dilarutkan dengan air, terjadi reaksi pembentukan ion hidronium, yaitu: $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{H}_3\text{O}^+ + \text{HSO}_4^-$

Tetapan asam adalah tetapan kesetimbangan untuk reaksi HA dengan air:

$$K_a = \frac{[\text{H}_3\text{O}^+][\text{A}^-]}{[\text{HA}]}$$

Asam kuat mempunyai nilai K_a yang besar (yaitu, kesetimbangan reaksi berada jauh di kanan, terdapat banyak H_3O^+ ; hampir seluruh asam terurai). Nilai K_a untuk asam kuat adalah 107.

Asam-asam okso, yang umumnya mengandung atom pusat ber-bilangan oksidasi tinggi yang dikelilingi oksigen, juga kuat; seperti H_2SO_4 .

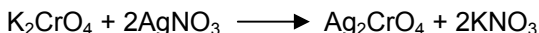
Untuk Asam sulfat,

$$K_a = \frac{[\text{H}_3\text{O}^+][\text{HSO}_4^-]}{[\text{H}_2\text{SO}_4]}$$

Menurut Mohr, jika suatu larutan klorida ditambahi Perak nitrat akan diendapkan Perak klorida.



Untuk menunjukkan titik akhir, dipergunakan Kalium kromat yang membentuk endapan merah dengan perak nitrat berlebihan



Karena hasil kali kelarutan Perak kromat lebih besar dari pada Perak klorida, endapan itu baru dapat dibentuk sesudah klorida telah diendapkan semuanya.

Dalam percobaan di atas dengan contoh Asam sulfat yang menggunakan indikator Kalium kromat, tidak dapat terdeteksi, karena menurut Mohr, Perak kromat dapat larut dalam asam dan ini hanya dapat digunakan untuk larutan yang netral atau yang dapat dinetralkan (larutan asam dengan boraks, natrium hydrogen karbonat atau magnesium oksida). Pada Tabel 4, contoh asam sulfat yang akan dianalisa parameter kloridanya, diencerkan dahulu dengan air suling. Kemudian dinetralkan dengan Natrium hydrogen karbonat, diberi indikator Kalium kromat baru dititrasi dengan Argentum nitrat. Hasil titrasi dapat dilihat pada tabel di atas.

4. KESIMPULAN DAN SARAN

4.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

- Untuk uji parameter klorida dalam Asam sulfat p a dan contoh uji Asam sulfat yang dititrasi larutan Argentum nitrat dengan indikator Kalium kromat, hasil titrasi tidak dapat dideteksi.
- Asam sulfat p a dan contoh uji Asam sulfat yang diencerkan dengan air suling dan dinetralkan dengan Natrium hydrogen karbonat, lalu dititrasi larutan Argentum nitrat dengan indikator Kalium kromat, hasil titrasi dapat dideteksi.
- Menurut Mohr, kromat dapat larut dalam asam dan hanya dapat digunakan untuk larutan yang netral atau yang dapat dinetralkan.

4.2 Saran

Dari hasil penelitian ini, cara uji analisa klorida dalam SNI Asam sulfat No.06-0030-1996 perlu diperbaiki.

DAFTAR PUSTAKA

1. Anonymous. 1996. SNI 06-0030-1996, Asam sulfat teknis, Badan Standardisasi Nasional. Jakarta.
2. Anonymous. 2008. Asam sulfat (H₂SO₄). Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri. Semarang.
3. Anonymous. 1991. SNI 06-2431-1991, Cara uji klorida dengan metode Argentometri. Badan Standardisasi Nasional. Jakarta.
4. Anonymous. 2004. SNI 06-6989.19-2004, Cara uji klorida (Cl⁻) air dan air limbah dengan metode Argentometri (Mohr). Badan Standardisasi Nasional. Jakarta.
5. AOAC. 2000. *Official Method of Analysis of The AOAC*. 17th ed. Association of Official Analytical Chemist. Washington DC.
6. Anonymous. 1998. SNI 01-4435-1998, bahan baku garam industri. Badan Standardisasi Nasional. Jakarta.
7. Asam sulfat. <http://asam.sulfat.id.wiki>, online Juli 2008.
8. Asam dan Basa. <http://id.wikipedia.org/wiki>, online Juli 2008.
9. Klorida. <http://id.wikipedia.org/wiki/Klorida>, online Juli 2008.
10. Jefri, 2005. Korosi beton bertulang, <http://digilib.itb.ac.id/gdl.php>, online Juli 2008.
11. Standard Methods, 4500, 20th edition. 1998. Standard Methods for the examination.

BIODATA

Rumintang Ruslinda Panjaitan

Penulis adalah alumni Fakultas Ilmu Pasti dan Alam Jurusan Kimia UGM Yogyakarta dan Fakultas Teknik jurusan Teknik Kimia Universitas WR. Supratman Surabaya. Penulis adalah Peneliti pada Balai Riset dan Standardisasi Industri Surabaya, Departemen Perindustrian.